L7 ANSWER 1 OF 3 CA COPYRIGHT 2000 ACS
130:169111 Colored curing agent compositions with good storage stability, curing of unsaturated polyesters or vinyl ester polymers using them, and their cured products. Ishiwatari, Akio (Kayaku Akuzo Corp., Japan). Jpn. Kokai Tokkyo Koho JP 11043618 A2 19990216 Heisei, 6 pp. (Japanese). CODEN: JKXXAF. APPLICATION: JP 1997-213934 19970725.

AB Title compns. contain org. peroxides and azo dyes I. Thus, 99.5 parts Kayamek A (Me Et ketone peroxide) and 0.5 part Orient Oil Yellow 129

(I) were mixed to give a compn. showing good storage stability. Dispersion of the compns. can be easily recognized by coloration.

L7 ANSWER 2 OF 3 CA COPYRIGHT 2000 ACS

124:31244 Ketone peroxide compositions and curing of unsaturated polyesters or vinyl ester polymers using them.

Takamura, Masumi; Ikeda, Yoshimine; Ujigawa, Norihisa (Nippon Oils & Fats Co Ltd, Japan). Jpn. Kokai Tokkyo Koho JP 07228569 A2 19950829 Heisei, 7 pp. (Japanese). CODEN: JKXXAF. APPLICATION: JP 1994-19571 19940216.

AB Unsatd. polyesters or vinyl ester polymers are cured using compns. contg. ketone peroxides, diluents R1CH(OR2)Me [R1 = CnH2n+1, CmH2m+1CO2(CH2)n;

R2

= CmH2m+1; n = 1-4; m = 0-3], and optionally dyes as polymn. initiators. Thus, 1% MEK peroxide compn. (viscosity 4.1 cSt at 30.degree.) contg. 3-methoxybutyl acetate was mixed with Epolac G 110AL and 0.3 part 6% Co naphthenate soln. and kept at 25.degree. for 24 h to give a cured product.

L7 ANSWER 3 OF 3 CA COPYRIGHT 2000 ACS

101:193138 Colored curing agent for unsaturated polyester or vinyl ester resin. (Kayaku Noury Corp., Japan). Jpn. Kokai Tokkyo Koho JP 59120612 A2 19840712 Showa, 4 pp. (Japanese). CODEN: JKXXAF. APPLICATION: JP 1982-227089 19821227.

AB The title agent comprises org. peroxide (e.g. Me Et ketone peroxide (I)

1338-23-4) and a dye, i.e., II or III (Rl = Et, CH2OCO2Me, CH2OCO2Et, C2H4OCO2Me, C2H4OCO2Et; R2 = C2H4CN, C2H4OH; R3 =

H, CN; R4 = H, Me). For example, 0.5% Kayaset Red R 902 (III; R1 = Et; R2 = C2H4CN; R4 = Me) [16586-42-8] was mixed with I. The active O content was

10.08, 10.06 and 10.05% immediately, and after 3- and 6-mo storage, resp.

=> s L3 and crosslinking catalysts/ti

⑩公開特許公報(A)

昭59—120612

Mnt. Cl.3	識別記号	庁内整理番号	爭公開 昭和59年(1984)7月12日
C 08 F 299/04		8118—4 J	
299/02		81184 J	発明の数 1
C 08 K 5/14	CAF	6681—4 J	審査請求 未請求
5/23	CAC	6681 - 4 J	
5/46	CAC	6681-4 J	
C 08 L 63/10		6958-4 J	
67/06		6911—4 J	(全 4 頁)

◎不飽和ポリエステル樹脂又はビニルエステル 樹脂用着色硬化剤

2144

順 昭57-227089

22世

類 昭57(1982)12月27日

72発 明 者 柳昭一

与野市上落合1039

心発 明 者 尾原熙通

山口県厚狭郡山陽町大字郡2959

和出 願 人 化薬メーリー株式会社

東京都千代田区丸の内---丁目 2

带1号

愈代 理 人 弃理士 竹田和彦

ryj All F

1. 発明の名称

不原和ボリエステル側断又はビニルエステル 樹斯川着色硬化剤

2. 特許請求の範囲

有機過酸化物と次の(D)又はIDの構造式で示される動作とからなることを特徴とする不飽和ポリエステル側断又はピニルエステル側断用類色硬化剤。

(II) $\underbrace{NO_2}_{NO_2} \underbrace{N-N-N-O}_{R_2} - N < \underbrace{R_1}_{R_2}$

(式中、 B₁, B₂は [1] 式と同じ B₃は -H又は -CH₃を示す)

3. 発明の詳細な説明

本発明は、貯蔵安定性が良好で、不飽和ポリエステル側断(以下VB側断と略す)又は、ビニルエステル側断(以下VB側断と略す)に混合した場合、混合の程度が、十分確認でき、燃料が、グル化、硬化するとともに、在色側の条便が、有色した有機過酸化物組成に関するもので、動る。リア側断やVB側断の硬化剤としてまってある。リア側が、メテルエチルケトンパーオーリイド、シクロヘーオーリンパーオーサイト、シクロヘーオーリンパーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アナンバーオーリイド、アンバーオーリイド、カウル形用には、ベンブイルバーオーリイド、フリカを

14周昭59-120612 (2)

させるためには、硬化反応をできるだけ均一に

行い、硬化不良クラック、自化の発生を防止す

硬化反応を均一にするためには、硬化剂を樹

脂に均一に現合するととが、必要であるが、筋 カー~2%の無色透明硬化剂の樹脂への分散を

確認することは実際には、かなり困難なことで

これに対し、特公明32-3387、特公明

47-1112などにおいて、硬化剤をあらかじ

め、顔料、爽料で霜色し、硬化剤を樹脂に混合

する際、その色で分散状態が目視できるように

硬化剤は、その化学的性質に強い酸化性と不

安定性をもっているため、大部分の着色剤は、

硬化剂に混合した場合、硬化剂の貯蔵安定性を

そこなり。又、者色制自身も硬化剂の作用を受

けて著しく、関退色するため、非常に限られた

異色剤のみがこの目的に使用可能であった。と

れらの限定された着色剤は、硬化剤の貯蔵安定

した新色硬化剤が劣楽された。

ろことが耳むである。

ロイルバーオキサイド、クノンハイドロバーオ キサイド、ターシャリープチルバーオクトエー ト、ターシャリープチルバーペンゾエートなど が使用される。

リド樹脂とは、マレイン限、フマル限のよう な不能相ジカルボン酸と無水フォル酸のような 似相ジカルポン酸とエチレングリコール、プロ ピレングリコールのようなグリコールの頂紹合 反応により生成した不飽和アルキッドに、スチ レンジアリルフォレートのような不飽和基をも つモノマーを混合したものである。

VNNTとは、エポポシ申斯はアクリル酸、 メタクリル願等の不顧和一塩基限を、単一又は フィル族、マレイン酸等の不飽和二塩茶酸と併 用して反応させた不顔和アルキッドにスチレン、 ジアリルフタレートのような不顧和某をもつも ノマーな混合したものである。

U P 樹脂又は、 V B 樹脂は通常、樹脂に対し 1~2男の硬化剂を混合して常品又は別熱して 硬化成形されるが、硬化樹脂の特性を十分路棚

> -C, H, -O-C-O-C, H, を示し、R, は、-C, H, CN 又は -Cz Ji OHを示しXは -H 又は -CN を示す。)

$$\bigcap_{NO_2} \bigvee_{S}^{N} C - N = N - \bigodot_{R_3} - N < \frac{R_1}{R_2}$$

(式中、 場、場は(1)式と同じ Bi は-11又は --CH₂ を示す)

で示した乾料で、硬化剂(有機過酸化物)を消 色化することにより、貯蔵安定性が良好である こと(映化剤が分解されず、支退色のないこと 従来の着色硬化剤を使用した場合、硬化後も、 樹脂硬化物に色が残るという欠点を完全に解決 することに成功した。

さらに、木笠町の着色硬化剤は、樹脂の硬化 の進行に供って色が作々に訳色し、最終的に完 全に消えるので、硬化の過程を消色程度によっ て確認することによって、作業質単を容易だす る効果もあわせて見出するとによりよ発明に平

性をそこなわり、潜色剂自身も貯蔵中に変退色 しないという所期の目的は一応達し、又この疳 色硬化剤の目的である。硬化剤の樹脂への分散 状態の確認という目的は達したものの、樹脂硬

化後者色剤による色がそのまま残り、成形品の 外側を書しくそとなりという頂大な欠点があっ

そのため、これらの者色硬化剤は、広く使用 されるに至らず、硬化剤の分散の確認は、長年 の期と経験にたよるという従来の方法で行わざ るを母なかった。

本発明者与は、種々検討の結果、次の間又は (田)の構造式

$$NO_{2} = \left\langle \begin{array}{c} N \\ -N \end{array} \right\rangle = N - N - \left\langle \begin{array}{c} R_{1} \\ R_{2} \end{array} \right\rangle$$

11周昭59-120612(3)

った。

カヤセットスカーレット926(NO2-〇-N=N-〇-

N<Colls)などがおり、これらの契料の開化剤

への終加谷は、 0.0001第~5男が好ましく、 さらに好ましくは、 0.01第~19である。

使用できる硬化剤としては、メチルエチルケトンパーオキサイド、メチルイソプチルケトンパーオキサイド、シクロヘキサノンパーオキサイド、ベン

ブイルバーオキサイド、ラウロイルバーオキサイド、クメンハイドロバーオキサイド、ターシャリープチルバーオクトエート、ターシャリープチルバーペンブエートなどが、 底状品、ペースト品、 粉体品の形態で使用することができる。 次に実施例をあげる。

尖施例 1 ~ 5.

メチルエチルケトンパーオキサイド(以下 MEKPと略す)に各種霜色剤を 0.5 易溶解して製造した報色硬化剤の貯蔵安定性について、活性限 素量と色相の経時変化を第1表に示した。

ar.	1	샤
×,		, ,

			双丝火	における幻覚期間		
	пена	朝定項目	即在此樣	3 7 11 16	6ヶ川後	
(比较門)	12 L	()%####### ()%#########	1015	1010	1008	
(比較門)	* 1 ~ ~ ; ;	(i) (2)	1 0.0 M	1004	1 0.0 2	
(比較例)	11 - 1 x 0 -	00	10.09	1005	1003	
(H, et PH)	~ × # 9	Ø 0	10.10	#10 *	7.4 Z ×	
(H, # F4)	フ・ロップニンブルー	0.	1006	#2n	7.50	
(単M性)	カャナットレッド R-902	(i) (ii)	10##	1008	1 0.05 (2)	

(TH#12)	カャセットレッド R-910	(P)	1009	1000	1005
(4583)	17t++12+18-922	(P)	1007	1005	10.03
(#MM4)	カャセットレピン 112	2	1007	10.05	1005
(###S)	クナセクトスカーレックスち	0	1010	1007	1006

- ※ 制定項目中、①は活性酸素指微、②は色相を示す。
- ※※ 着色硬化剤の色相評価は、○(変化なし)、△(やや変 級色)、×(完全に変異色)を示す。

実施例6~14

MERP以外の代表的な有機避稅化物に各地消息 制を0.5 免務解して製造した着色硬化制の貯蔵安 定性について、活性酸素量と色相の経時変化を第 2 表に示した。

		衹	2	THA.	**			
	発用した過	9 (r 8	7 = 7 + 7 = 1	74.77	7 / 7 7	2 2	* 1/2 - 1 %	イン・シーンサア
	お母になびる	S FF R RAM						
	e)	M R M D	取造证券	3 + A tt	和企道法	3 7 A W	加力证法	3 7 A UK
		⊕#####®	0 +	3.9	3.3	3.2	8 0	6.7
(= K m)	,	Ce m	1	_	_	-	1	,
		Θ	3.9	3.8	3.2	3.1	7. 9	6 '2
(200)		9	0	0	0	0	0	0
		Θ	3.9	3.0	11	2.5	0 8	8.8
(= a =)	710072072	•	0	×	0	¥	0	×
F 18 18 18	3 4 4 9 4 0 9 5	Θ	3.6	3.8	3.2	3.2	7.9	7.8
	R-902	@	0	0	0	0	0	0
松黄虾、	3 + 4 + 1 + 2	0	3.9	3.8	3.2	3.1	8.0	7.9
Ī	R-910	6)	0	0	0	0	0	c
F 15	7244448	Θ	3.9	2.3	3.1	3.0	6 /	7.8
Ž.	7 1 2	e	<i>C</i>	С	С	Ç		0

中,更现在由中心运动政策和警察。但这的商为所注。 在全一年的张马克·艾克斯拉拉("阿克克"),×(斯克克克威的)为形态

3周期 59-120612 (4)

第1次、第2段より、実施例は、実用的期間内に おいて、いずれも活性限素量および色相の経時変 化は少なく貯蔵安定性は良好である。

尖施例 15~32.

UP樹脂(大日本インキ化学工業KK製、ポリライト8010)またはVB樹脂(昭和高分子 KK製、リポキシル-806)に、霜色硬化剤をそれぞれ1 多添加混合して、それぞれの成形温度で厚さ3 mmの住型板を硬化、成形した。

その場合、注型板の色相変化を樹脂のゲル化時点 および硬化時点(樹脂の硬化発熱が最高温度に達 した時点)で観察した結果を第3表に示す。 m 3 X

- 12	した単色発化剤	JE RI		R do O €		
W IL M	T E M			₩ 36 (€ (E 45)	3 4 (12)	a to
	()/t L (Н,МЯ)	-	LZAIM.	0	2.0162	
	(Detabate)			×	×	
	(1) 19-42m-(*)			¥	•	•
メダルエナルナ トンパーオルヤ	()フォロレフ(·)		` `	*	٧.	¥.
4)*	(**** *** *** *** **** **** **** ****	^ -	^	0	۸.	0
	のカヤセットレッド R 910		Λ	O.	Δ	0
	のカヤセットルピン 71 2 (別角門19,20)		_^	0	Λ	0
	① (比較何)		0	0	Ü	0
	(·)		*	*	×	×
	① (•)		×	*	×	×
ベンゾイルバー まキサイド	① (·)	300	×	×	×	×
	③ (実際門21.22)		Δ	0	^	0
	(· 23,24)		Δ	0	۵	0
	⊕ (• ස.ස)		_^_	U	Δ	O
	(日韓月) ()		0	0	0	0
	(i) (*)		×	×	*	٠,
ターシャリーブ サルバーペング	(-)	1000	×	×	۲	Ψ,
エート	0 (*)	,	×	×	×	×
Ì	(5) (TAPI 21 - 28)	1	٨	0	^	0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0
	(- 29.3C)		^	()	Λ	
ļ	() (- 31.32)	- }	Δ	0	^	O

- ※ 剤色剤は①なし、②オイルレッド、③パターイエロー、
 - ④フタロシアニンブルー、⑤カヤセットレッドル902、
 - ⑥カヤセットレッドR910、①カヤセットルピン712

を使用した。

- *** 硬化剤としてメチルエチルケトンパーオキサイドを使用した場合は、促進剤として 6 男ナフテン酸コパルトを 0.5 男 使用した。
- #### 注型板の色相評価は、○(完全に消色)、△(やや消色) ×(完全に残っている)の三段階で示した。

第3表から、比較例に示すように、従来の兼色硬化 都を使用して樹脂を硬化させた場合、樹脂硬化 後も、春色剤の色がそのまま残るのに対し、本発明による新色硬化剤を使用した場合、いずれの場合でも、樹脂がゲル化するとともに、色が徐々に前色し、硬化により完全に色は消失して無色硬化剤を使用したと同等のすぐれた外観の硬化物を得ることができた。

特許出動人 化塞来一升一株式会社